



中华人民共和国国家标准

GB/T 22176—2023

代替 GB/T 22176—2008

二甲戊灵乳油

Pendimethaline mulsifiable concentrate

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 22176—2008《二甲戊灵乳油》，与 GB/T 22176—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 将 330 g/L 规格的二甲戊灵质量分数(%)由“ $33.5^{+2.0}_{-2.0}$ ”改为“ $32.2^{+1.6}_{-1.6}$ ”；增加 400 g/L 和 500 g/L 两个规格(见 4.2, 2008 年版的 3.2)；
- 更改了 pH 值指标(见 4.2, 2008 年版的 3.2)；
- 增加了持久起泡性项目和指标(见 4.2)；
- 增加了检查产品中是否有二甲戊灵晶体析出的规定(见 5.2, 2008 年版的 4.1)；
- 更改了二甲戊灵质量分数的测定方法，并将气相色谱法改为仲裁法(见 5.5, 2008 年版的 4.3)；
- 增加了检验规则(见第 6 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：江苏龙灯化学有限公司、山东滨农科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、江苏永安化工有限公司、山东华阳农药化工集团有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、河北中天邦正生物科技股份有限公司、扬州市苏灵农药化工有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、河南瀚斯作物保护有限公司。

本文件主要起草人：程宏雪、冯秀珍、魏艳艳、牛永芳、季品俊、刘勇、田茂英、陈玉龙、王春强、南艳、申艳林、赵清华、颜聪。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008 年首次发布为 GB/T 22176—2008；
- 本次为第一次修订。

二甲戊灵乳油

1 范围

本文件规定了二甲戊灵乳油的技术要求、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装和储运,描述了二甲戊灵乳油的试验方法。

本文件适用于二甲戊灵乳油产品的质量控制。

注:二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 1600—2021 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 4838 农药乳油包装
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 32776 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

稳定的均相液体,室温下无可见的悬浮物或沉淀(结晶)。

4.2 技术指标

二甲戊灵乳油应符合表 1 的要求。

表 1 二甲戊灵乳油技术指标

项目	指标			
	330 g/L 规格	33%规格	400 g/L 规格	500 g/L 规格
二甲戊灵质量分数 ^a / %	32.2 ^{±1.6} _{1.6}	33.0 ^{±1.6} _{1.6}	38.0 ^{±1.9} _{1.9}	47.5 ^{±2.3} _{2.3}
二甲戊灵质量浓度(20 ℃)/(g/L)	330 ^{±16} ₁₆	340 ^{±17} ₁₇	400 ^{±20} ₂₀	500 ^{±25} ₂₅
水分/ %	≤0.5			
pH 值	4.5~7.5			
乳液稳定性(稀释 200 倍)	上无浮油,下无沉淀析出			
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤60			
低温稳定性	离析物的体积不超过 0.3 mL			
热储稳定性	热储后,二甲戊灵质量分数应不低于热储前测得值的 95%,pH 值、乳液稳定性仍应符合本文件要求			
^a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。				

5 试验方法

警告:使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 的规定进行。二甲戊灵乳油在低温存放过程中可能有二甲戊灵晶体析出,取样前应确保容器中无沉淀。用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 气相色谱法

本鉴别试验可与二甲戊灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中二甲戊灵的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5%以内。

5.3.2 高效液相色谱法

本鉴别试验可与二甲戊灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中二甲戊灵的色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 二甲戊灵质量分数和质量浓度

5.5.1 气相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用内壁键合 100%二甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 三氯甲烷。

5.5.1.2.2 二甲戊灵标样:已知二甲戊灵质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.2.3 内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应不含有干扰分析的杂质。

5.5.1.2.4 内标溶液:称取邻苯二甲酸二戊酯 2.0 g,置于 100 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)石英毛细柱,内壁键合 100%二甲基聚硅氧烷固定液(或具等同效果的色谱柱)。

5.5.1.4 气相色谱操作条件

5.5.1.4.1 温度:柱室 180 °C、气化室 260 °C、检测室 280 °C。

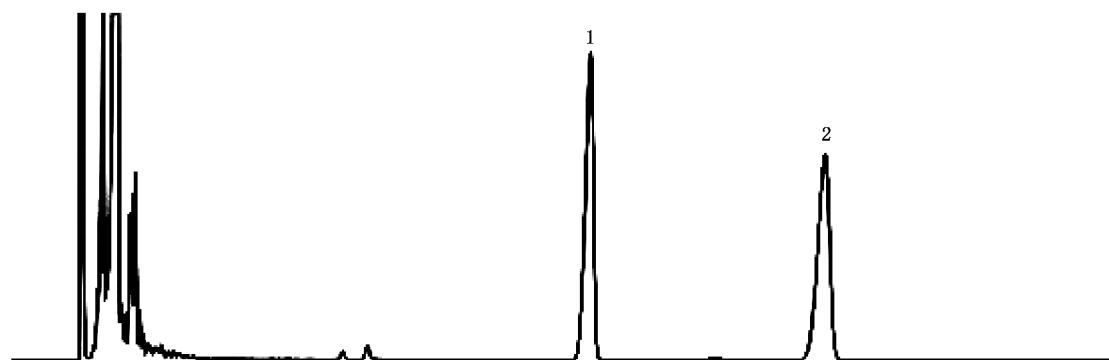
5.5.1.4.2 气体流量:载气(N_2)3.0 mL/min、氢气 40 mL/min、空气 300 mL/min、补偿气(N_2)30 mL/min。

5.5.1.4.3 分流比:50:1。

5.5.1.4.4 进样体积:1.0 μ L。

5.5.1.4.5 保留时间:二甲戊灵约 8.5 min,内标物约 11.8 min。

5.5.1.4.6 5.5.1.4.1~5.5.1.4.5 的操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



标引序号说明:

1——二甲戊灵;

2——内标物。

图 1 二甲戊灵乳油与内标物的气相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取二甲戊灵标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含二甲戊灵 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 25 mL 容量瓶中,用与 5.5.1.5.1 同一支移液管加入 5 mL 内标溶液,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.3 测定

在 5.5.1.4.1~5.5.1.4.5 的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针二甲戊灵峰面积与内标物峰面积比相对变化小于 1.2% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.5.1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中二甲戊灵峰面积与内标物峰面积之比,分别进行平均,试样中二甲戊灵的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w \times \rho}{r_1 \times m_2} \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中二甲戊灵的质量分数,%;

r_2 ——试样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——二甲戊灵标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中二甲戊灵的质量分数,%;

r_1 ——标样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中二甲戊灵质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 的规定进行)。

5.5.1.7 允许差

二甲戊灵质量分数两次平行测定结果之差,330 g/L 和 33% 规格应不大于 0.5%,400 g/L 和 500 g/L 规格应不大于 0.6%;二甲戊灵质量浓度两次平行测定结果之差,330 g/L 和 33% 规格应不大于 5 g/L,400 g/L 和 500 g/L 规格应不大于 6 g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 液相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 235 nm 下,对试样中的二甲戊灵进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 乙腈:色谱纯。

5.5.2.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.3 二甲戊灵标样:已知二甲戊灵质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3.3 超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相: $\psi_{\text{乙腈}: \text{水}} = 60:40$ 。

5.5.2.4.2 流速:1.3 mL/min。

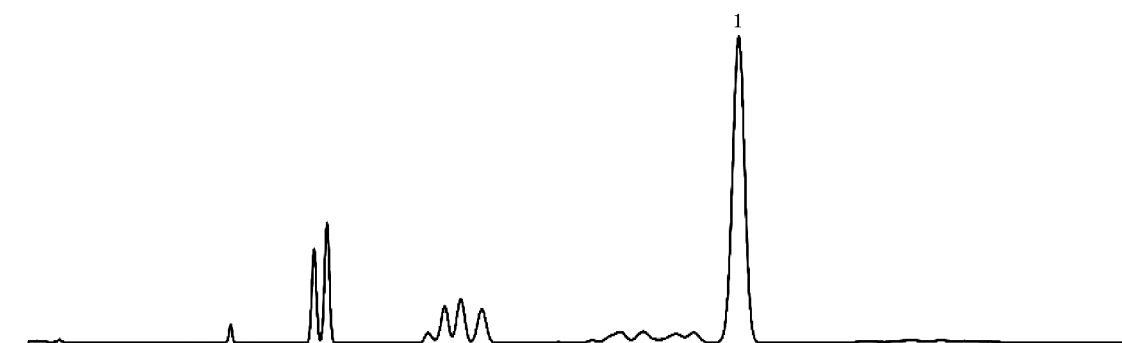
5.5.2.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.2.4.4 检测波长:235 nm。

5.5.2.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.2.4.6 保留时间:二甲戊灵约 29.2 min。

5.5.2.4.7 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6 的操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵乳油高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:

1——二甲戊灵。

图 2 二甲戊灵乳油的高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)二甲戊灵标样,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含二甲戊灵 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5.3 测定

在 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6 的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针二甲戊灵峰面积相对变化小于 1.2% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.5.2.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中二甲戊灵峰面积分别进行平均,试样中二甲戊灵的质量分数按公式(3)计算,质量浓度按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times w}{A_1 \times m_4} \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times w \times \rho}{A_1 \times m_4} \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_1 ——试样中二甲戊灵的质量分数,%;

A_2 ——试样溶液中,二甲戊灵的峰面积的平均值;

m_3 ——二甲戊灵标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中二甲戊灵的质量分数,%;

A_1 ——标样溶液中,二甲戊灵的峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中二甲戊灵质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 的规定进行)。

5.5.2.7 允许差

二甲戊灵质量分数两次平行测定结果之差,330 g/L 和 33% 规格应不大于 0.5%,400 g/L 和 500 g/L 规格应不大于 0.6%;二甲戊灵质量浓度两次平行测定结果之差,330 g/L 和 33% 规格应不大于 5 g/L,400 g/L 和 500 g/L 规格应不大于 6 g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 的规定进行。

5.8 乳液稳定性

按 GB/T 1603 的规定进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定进行。

5.10 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定进行。

5.11 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定进行。热储时,样品应密封储存,热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应进行出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为外观、二甲戊灵质量分数、二甲戊灵质量浓度、水分、pH 值、乳液稳定性、持久起泡性。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中任一项目不符合第 4 章的技术要求,则判定该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,二甲戊灵乳油的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

二甲戊灵乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

二甲戊灵乳油应采用聚酯瓶或塑料瓶包装,外用瓦楞纸箱包装,每箱净含量应不超过 20 kg。

二甲戊灵乳油也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 4838 的规定。

8.2 储运

二甲戊灵乳油包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,严防潮湿和日晒,不应与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

附录 A

(资料性)

二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数

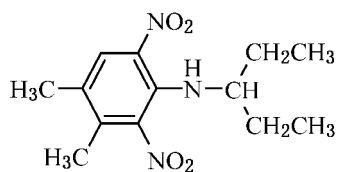
二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Pendimethalin；

——CAS 登录号：40487-42-1；

——化学名称：*N*-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺；

——结构式：



——分子式： $C_{13}H_{19}N_3O_4$ ；

——相对分子质量：281.3；

——生物活性：除草；

——熔点：54 °C ~ 58 °C；

——蒸气压(25 °C)：1.94 mPa；

——溶解度(20 °C ~ 25 °C)：水中(pH 7) 3.3×10^{-4} g/L，丙酮中大于 800 g/L，苯、甲苯、二甲苯中均大于 800 g/L，二氯甲烷、三氯甲烷中均大于 800 g/L，正己烷中 49 g/L，微溶于汽油、石油醚；

——稳定性：5 °C ~ 130 °C 稳定，对酸、碱稳定，见光缓慢分解，在水中光解半衰期小于 21 d。

